von Ober- und Unterstempel die Ebenheit der Oberflächen deutlich verbessert werden kann (Details siehe Statusberich 2000).

Für eine komplexere Dichtscheibe der Firma CeramTec wurde ebenfalls der Pressund Sintervorgang simuliert. Bild 4 zeigt den berechneten Verzug für einen ursprünglich in der Produktion verwendeten Pressplan in leicht überhöhter Darstellung. Eine gewisse Optimierung des Verzugs wurde durch Variation der Federkräfte, mit denen die inneren Oberstempel vorgefedert sind, erreicht.



Bild 4: Berechneter Sinterverzug einer zweiten Dichtscheibe

Für diese Geometrie wurde auch die Werkzeugbelastung untersucht und eine Biegebelastung der beiden kleineren Augenbrauenstifte des Unterteils gefunden. Bild 5 zeigt die Biegespannungen in einem der beiden kleineren Stifte. Der Grund für die Biegebelastung liegt in der radialen Verdrängung des Pulvers bei der Verdichtung des Pulverbereiches über dem großen unteren Mittelstift. Die berechneten Spannungen in den beiden Augenbrauenstiften liegen in der Größenordnung von 100 MPa und sind damit nicht kritisch. Jedoch wird aufgrund des metallischen Kontakts zwischen den unteren und oberen Stempeln Verschleiß durch Reibung auftreten.



Bild 5: Biegebelastung eines Unterstempels

Simulationsergebisse für TeCe

Für TECE wurde neben einfachen Parameterstudien das Kaltisostatpressen einer Exzenterwelle numerisch simuliert. Bild 6 zeigt die sich ergebende Dichteverteilung einer Hälfte nach dem Pressen. Der Pressdruck betrug 1800 bar. Aus den noch vorhandenen Druckkräften nach der Entlastung können Rückschlüsse auf Probleme beim Entfernen des inneren Stahlexzenters gezogen und Gegenmaßnahmen entwickelt werden. Anhand der Parameterstudien an rotationssymmetrischen Geometrien wurde festgestellt, dass schon allein die Reibung zwischen Pulver und Stahlkern nach jetzigem Kenntnisstand zu »Elefantenfüßen« führt. Auch stimmt die berechnete inhomogene Dichteverteilung gut mit experimentellen Befunden überein.



Bild 6: Dichteverteilung im Grünling $\rho = \rho_0 \exp(-\text{PEQC4})$

Simulationsergebisse für ANCeram

Für die Firma ANCERAM wurde das Pressen und Sintern einer AIN-Kühldose untersucht. Ausgehend vom industriellen Herstellungsprozess wurde zwei Pressplanvarianten und zwei Fülldichtevarianten simuliert. Der nach dem Sintern erhaltene Verzug wurde durch Änderung der Füllhöhe über den beiden Unterstempeln optimiert unter der Randbedingung, dass die Masse des Bauteils unverändert bleibt. Die Simulation zeigt eine Verbesserung des Verzugs von 0.9 mm auf 0.2 mm für eine der untersuchten Varianten. Bild 7 zeigt den mit dem aktuellen und dem optimierten Pressplan berechnen Verzug für eine Hälfte des Bauteils.

Das erarbeitete Modell beschreibt den realen Pressvorgang nur mit Einschränkungen. Die größte Unsicherheit kommt von der undefinierten Bewegung des Gitterstempels. Da diese von der Reibung und der Maschine abhängt, lassen sich keine exakten Kraftwerte angeben.



Bild 7: Achsialer Verzug: links aktueller Pressplan, rechts optimierter Pressplan (Verzug überhöht dargestellt)

Die bisherigen Simulationsrechnungen zeigen aber, dass gerade dieser Parameter für eine gleichmäßige und konstante Dichteverteilung sehr wichtig ist. Für die Konstruktion ähnlicher Presswerkzeuge ergibt sich daher zwingend, dass sich der Gitterstempel mit definierter und einstellbarer Kraft bewegen lässt. Auch die Maschine (Presse) muss dieser Anforderung gerecht werden.

Die Optimierung (Minimierung) des Verzugs lässt sich nicht ohne weiteres auf das reale Bauteil übertragen, da der Einfluss des speziellen Sinterprozesses (Stapelbrand) noch nicht berücksichtigt werden konnte.

5.3 Teilprojekt: "Neues Pressenkonzept" DORST - CeramTec

Das neue Pressenkonzept hat sich während der Produktionseinführung bewährt. Durch dieses Konzept konnten die Werkzeuge für die unterschiedlichen Pressartikel vereinfacht und der Werzeugwechselaufwand reduziert werden. Mittlerweile sind mehrere dieser Maschinen im Serieneinsatz.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Während der 25-monatigen Bearbeitungszeit von Februar 1999 bis März 2001 sind insgesamt 93 meist kommerziell verfügbare, zum geringen Teil für Vergleichszwecke auch eigensynthetisierte organische Additive getestet worden, davon 72 für Ceram-Tec und 52 für TeCe. Es wurden insgesamt 269 Vortests durchgeführt, die zur Auswahl von 25 Additiven für 73 Sprühversuche für den Industriepartner CeramTec und im Falle TeCe zur Auswahl von 20 Additiven in 30 Sprühversuchen geführt haben. Das ursprünglich angedachte Baukastenprinzip konnte jedoch aufgrund der kleinen Zahl von erfolgversprechenden Alternativkomponenten nicht realisiert werden. Für Si₃N₄ (TeCe) konnten dafür jedoch konkrete Ansatzpunkte, basierend auf eigensynthetisierten Copolymeren aufgezeigt werden. Die Korrelation zwischen

Binderpolymer- und Grünkörpereigenschaften konnte dargelegt werden, ebenso der Zusammenhang zwischen 4-Punkt-Biegetest und Grünkörper-Bearbeitbarkeit. Das Standard-Organiksystem konnte durch gut charakterisierbare Stoffe vollständig ersetzt werden, wobei die einzelnen Komponenten kommerziell in Form ganzer Produktreihen zur Verfügung stehen und viel Raum für eine industrielle Erprobung zur Feinoptimierung bieten. Bisher konnte die Standzeit der Werkzeuge bei reduziertem Gesamtorganikanteil verdoppelt werden. Im Hinblick auf das Kantenausbruchverhalten von Grünkörpern mit alternativen Bindern stehen noch Untersuchungen aus, die unter Produktionsbedingungen bei TeCe in der Endphase des Projekts erfolgen.

Die zahlreichen Vortests (Anzahl 198) für den Industriepartner CeramTec haben zu bisher insgesamt 73 Sprühversuchen mit teilweise bis zu 60 kg-Ansätzen pro Sprühversuch geführt. Trotz des hohen Aufwands ist es aufgrund des stark einschränkenden Anforderungsprofils nicht möglich gewesen, ein alternatives Organiksystem zu entwickeln, das den Standardversatz von CeramTec bei allen Bewertungskriterien gleichzeitig übertrifft. Insbesondere hat sich der Widerspruch zwischen der Forderung nach möglichst vollständiger Redispergierbarkeit und hoher Festigkeit kaum auflösen lassen. Es konnten aber mehrere alternative Binderkomponenten vor allem auf Polyvinylpyrrolidon-Basis aufgezeigt werden, die signifikante Verbesserungen bei einzelnen Bewertungsgrößen ermöglichen. Versuche zur quantitativen Optimierung verschiedener Alternativkomponenten stehen noch aus und sollen in der Restlaufzeit des Projekts beim Industriepartner CeramTec im Rahmen einer industriellen Erprobung erfolgen.

Die Arbeiten zur Verbesserung der numerischen Simulation der Press- und Sinterprozesse werden weitergeführt und insbesondere deren Eignung für die effizientere Werkzeugauslegung für die Herstellung komplexer Bauteilgeometrien überprüft.

Durch Einführung des neuen Pressenkonzepts und der erfolgreiche Nachweis der Serientauglichkeit kann dieser Projektpart abgeschlossen werden.

Die Arbeiten für ANCeram sind weitgehend abgeschlossen.

7 Veröffentlichungen

 Dr.-Ing. Dietrich Mayer, Ingenieuerbüro, Wippertstraße 2, 79100 Freiburg, Dr. Thorsten Kraft, Frauenhofer IWM, Wöhlerstraße 11, 79108 Freiburg, *Entwicklung und Optimierung von Preßwerkzeugen durch Computersimulation*, Pulverömetallurgische Formgebung im Wandel, VDI-Gesellschaft Werkstofftechnik, Düsseldorf 1999

Entwicklung und Optimierung von Preßwerkzeugen durch Computersimulation

Dr.-Ing. Dietrich Meyer, Ingenieurbüro, Wippertstraße 2, 79100 Freiburg Dr. Torsten Kraft, Fraunhofer IWM, Wöhlerstraße 11, 79108 Freiburg

Effektive Werkzeugentwicklung

Das Ingenieurbüro Dr. Dietrich Meyer nutzt in Kooperation mit dem Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik (IWM) die Methode der Finiten Elemente (FEM), um die Vorgänge beim Matrizenpressen und Sintern zu berechnen und bietet Entwicklern die Möglichkeit, ihre Matrizen-Presswerkzeuge am Computer entwerfen und optimieren zu lassen. Durch detaillierte Modelle werden selbst komplexe Presswerkzeug- und Bauteilgeometrien berechenbar.

Werkzeuge und Produktionsabläufe werden am Computer optimiert, bevor sie in der Realität zum Einsatz kommen. Dadurch wird die Anzahl der Versuche für Vorserien entscheidend reduziert und die Qualität und Wirtschaftlichkeit des Matrizenpressens verbessert sich.

Die Vorteile sind meßbar !

- Kürzere Entwicklungszeiten,
- weniger Maschinen-Ausfallzeiten,
- geringere Werkzeugkosten,
- bessere Formtreue der Bauteile,
- rissfreie Herstellung,
- kostengünstige weil weniger oder gar keine Hartbearbeitung.



Dichteverteilung nach dem Pressen

Die Simulation

Die Simulation des Matrizenpressens und Sinterns bietet dem Konstrukteur eine wirksame Hilfe um bekannte Probleme bei der Entwicklung von Presswerkzeugen in den Griff zu bekommen.

Sicher kennen Sie:

- Inhomogene Dichte im Pressling durch Reibung und unterschiedliche Verdichtungsgrade.
- Rissbildung beim Entformen des Presslings.
- Sinterverzug durch unterschiedliche Dichten nach dem Pressen und dadurch
- unebene Löt- bzw. Auflageflächen und andere Formabweichungen.

Bei der Simulation wird ein erster Entwurf des Presswerkzeuges und des eingefüllten Pulvers als Computermodell erstellt. Nachdem die Bewegungen der Stempel und der Matrize festgelegt sind, wird der Pressvorgang im Rechner 2. T. Kraft, H. Riedel, *Korrektur von Sinterverzügen durch rechnerisch ermittelte Stempelkonturierung*, Jahresbericht 1999, Fraunhofer Institut Werkstoffmechanik, Freiburg



Fraunhofer Institut Werkstoffmechanik

Jahresbericht 1999

Korrektur von Sinterverzügen durch rechnerisch ermittelte Stempelkonturierung

Leistungsbereich Simulation von Formgebungsverfahren

Leiter: Dr. Hermann Riedel Tel. +49 (0) 7 61/51 42-1 03 E-Mail: rl@iwm.fhg.de







3. T. Kraft, H. Riedel, P. Stingl und F. Wittig, *Numerische Simulation des Pressens und Sinterns einer Dichtscheibe aus Al*₂O₃, wt Werkstattstechnik 89 (1999) 338.



Numerische Simulation des Pressens und Sinterns einer Dichtscheibe aus Al₂O₃

T. Kraft, H. Riedel, P. Stingl, F. Wittig

Eine der wirtschaftlichsten Methoden zur Herstellung von Großserienteilen aus Keramik ist das einachsige Matrizenpressen mit anschließendem Brennen (Sintern). Beim Pressen des Pulvers in der Matrize entsteht der sogenannte Grünkörper. Dabei ergibt sich im allgemeinen keine gleichmäßige Gründichteverteilung. Als Folge verzieht sich das Teil beim Sintern. Außerdem können Risse entstehen. Da eine Fertigbearbeitung nach dem Sintern aufwendig und teuer ist, ergeben sich hohe Forderungen an das Pressen.

Ziel der numerischen Simulation ist es, den Sinterverzug vorherzusagen und so weit wie möglich mittels Optimierung des Preßablaufs und Änderung der Werkzeugform zu kompensieren. Die Vorhersage der Rißbildung ist eine noch anspruchsvollere Aufgabe. Meist werden dazu geeignete Materialgesetze für das Pressen und das Sintern in Finite-



Ansprechpartner:

T. Kraft Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM Wöhlerstr. 11, 79108 Freiburg Tel. (07 61) 51 42-248, Fax. (07 61) 51 42-110 E-Mail: tkr@iwm.fhg.de Element-Programme implementiert. Die Anwendung dieser Simulationstechniken erlaubt dann die Verkürzung der Entwicklungszeiten neuer Teile aufgrund der rechnerischen Optimierung der Geometrie, der Preßpläne oder des Sinterprozesses.

Simulation des Matrizenpressens

Voraussetzung für eine realistische Simulation des Pressens ist ein geeignetes konstitutives Gesetz, welches das mechanische Verhalten des Pulvers beschreibt. Dazu wurde eine Erweiterung des sogenannten Drucker-Prager-Cap-Modells in ABA-QUS/Explicit als user subroutine implementiert. Das Modell beschreibt sowohl die Pulververdichtung beim Pressen als auch die Entfestigung und die Rißbildung beim Ausstoßen aus der Preßmatrize. Die Modellparameter werden mit einer Versuchsreihe festgelegt, etwa mittels Messung der Grünfestigkeit und mit Triaxialversuchen. Weiterhin wird der Reibungskoeffizient zwischen Pulver und Werkzeug gemessen. Er spielt vor allem bei schlanken Teilen eine wichtige Rolle, da die Wandreibung eine homogene Dichteverteilung selbst in einfachsten Geometrien verhindert.

Simulation des Sinterns

Die nach dem Pressen erhaltene Gründichteverteilung ist der Startwert für die anschließende Sintersimulation. Stärker verdichtete Bereiche schrumpfen beim Sintern weniger als geringer verdichtete; des-

halb verzieht sich das Bauteil. Das Sintermodell, das ebenfalls als user subroutine in ABAQUS/Standard implementiert ist, berechnet die Schrumpfung und den Verzug während des Sintervorgangs. Für die Modelle des Fest- und Flüssigphasensinterns werden die Werkstoffparameter mit Hilfe des Sinterumformversuchs bestimmt.

Anwendungsbeispiel: Keramische Dichtscheibe

Die Simulation der Preß- und Sinterprozesse wird im Fraunhofer-IWM vielfältig angewandt. Ein typisches Beispiel ist das Pressen und Sintern einer Dichtscheibe aus Al₂O₃, hergestellt von der CeramTec AG. Als Folge der Werkzeuggeometrie und des Preßablaufs ergibt sich eine inhomogene Gründichteverteilung. Um zu klären, ob der daraus resultierende Verzug akzeptabel ist, wurde der Verzug der Dichtscheibe nach dem Brand rechnerisch und experimentell bestimmt. Bild 1 zeigt den berechneten Verzug in überhöhter Form. Der Vergleich zwischen den berechneten und den gemessenen Werten zeigt, daß beide sehr gut übereinstimmen.

Dieses Beispiel zeigt, daß mit Hilfe der numerischen Simulation Dichteverteilungen nach dem Trokkenpressen und Formänderungsvorgänge beim Sintern vorhersagbar sind. Damit ist ein Werkzeug verfügbar, das den hohen experimentellen Aufwand bei der Optimierung von Preßwerkzeugen und von Formgebungs- und Bearbeitungsvorgängen minimieren kann.

Bild 1. Sinterverzug aufgrund von Dichte-Inhomogenitäten des Grünlings (überhöht dargestellt) 4. T. Kraft, H. Riedel, P. Stingl and F. Wittig, *Finite Element Simulation of Die Pressing and Sintering*, Advanced Engineering Materials 1 (1999) 107-109.

Research News: Kraft, Riedel, Stingl, Wittig/Finite Element Simulation

Finite Element Simulation of Die Pressing and Sintering**

By Torsten Kraft, * Hermann Riedel, Peter Stingl, and Frank Wittig

Numerical simulation of die compaction and sintering is a promising tool for reducing development times and costs or optimizing production cycles. Finite element simulations allow qualitative and quantitative predictions of undesirable distortions after firing. Even qualitative predictions of crack formation are possible.



ENGINEERING

MATERIALS

RESEARCH NEWS

1. Introduction

One of the most important production routes for ceramic parts is uniaxial die pressing and sintering. Today, complex parts can be produced that were inconceivable just a few years ago. Except for the very simplest part geometries it is not possible to achieve a homogeneous green density distribution by die compaction. Rather, the density is more or less inhomogeneous depending on the part geometry, the tool design, and the friction between powder and die wall. As a result the part undergoes shape distortions during sintering, or cracks may develop. Since the correction of shape distortions by hard machining is expensive and the tolerance requirements are often extremely high, it may be a costly and timeconsuming process to find a tool design and a pressing schedule giving good parts within the required tolerances and without cracks, if one relies solely on trial and error. An alternative is to optimize the process by computer simulation.

For many practical applications numerical simulation of die compaction and sintering is a promising tool for reducing the time and cost of the development of a complicated part or to optimize the production cycle. Finite element (FE) simulations allow qualitative and quantitative predictions of undesirable distortions after firing. Hence the simulation can be used to optimize the tool geometry, the punch movements or the temperature cycle in order to compensate for undesirable warpage. The prediction of crack formation and its avoidance is an even more demanding challenge.

A summary of the state-of-the-art in simulating die pressing may be found elsewhere^[1,2] and a survey about sintering simulations has been published recently.^[3] Further publications on this subject are compiled in recent conference proceedings.^[4-6] In the present contribution the individual simulation steps are demonstrated for a complex part.

2. Die Pressing

The basis for successful predictions of shape distortions or the tendency to develop cracks during pressing, unloading, or ejection of the part from the die is a reliable constitutive model for describing the mechanical response of the powder. In the literature, continuum plasticity models with yield surfaces in the plane of the first and second stress invariants are often used to describe the material behavior.^[2] These phenomenological models, which were originally developed in soil mechanics, are characterized by a yield criterion, a hardening function, and a flow rule. They differ in the functional form of the yield surface. The present work is based on the Drucker-Prager cap model,^[7] the yield surface of which is shown in Figure 1 plotted in the p-q plane, where p is the hydrostatic pressure and q is the von Mises equivalent stress. The yield surface of this model consists of an elliptic cap and a straight failure line. Inside the yield surface the powder behaves elastically. If the stress state reaches the yield surface, the powder deforms plastically. The powder is compacted for stress states on the elliptic cap, whereas failure occurs if the stress state reaches the failure line. For a short discussion on other approaches (e.g. Sandler-Di Maggio model, Cam-Clay model) see published work.[2]

 [*] Dr. T. Kraft, Dr. H. Riedel Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, Wöhlerstraße 11 79108 Freiburg (Germany) Dr. P. Stingl, Dr. F. Wittig CeramTec AG, Luitpoldstraße 15 91207 Lauf (Germany)

[**] We gratefully acknowledge financial support of the BMBF through grant number 03N8009A.

T. Kraft, H. Riedel, P. Stingl und F. Wittig, *Numerische Simulation des Pressens und Sinterns*, in: Handbuch Technische Keramische Werkstoffe, J. Kriegesmann (ed.), Fachverlag Deutscher Wirtschaftsdienst, Köln, Kap. 3.4.3.2 Oktober (1999) 1-17.

Numerische Simulation des Pressens und Sinterns

T. Kraft, H. Riedel, Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, Freiburg P. Stingl, F. Wittig, CeramTec AG, Lauf

1 Einleitung

Zur Herstellung von keramischen Formkörpern hat sich die Trockenpreßtechnologie insbesondere aus Kostengründen großtechnisch etabliert und gehört zu den Standardformgebungsverfahren in der technischen Keramik. Auch in der klassischen Keramik setzt sich die Preßtechnologie in zunehmendem Maße durch; neben Tellern wurden in neuerer Zeit auch Tassen und andere Hohlgefäße realisiert.

In der technischen Keramik werden aufgrund der immer komplizierter werdenden Bauteilgeometrien die Anforderungen an die Preßtechnologie immer größer. So können heute trockenpreßtechnisch Bauteile hergestellt werden, deren Fertigung vor einigen Jahren noch nicht denkbar war. Erschwerend kommen in Anbetracht der hohen Kosten für eine Hartbearbeitung zum Teil sehr harte Toleranzforderungen seitens der Anwender hinzu.

In diesem Problemfeld kommt der Werkzeugkonstruktion und –auslegung eine Schlüsselfunktion zu. Bei komplizierten Bauteilgeometrien muß oft mit mehrfach unterteilten beweglichen Stempeln gearbeitet werden. Bei der Ersteinrichtung von derartigen Werkzeugen ist im Regelfall mit großen Problemen zu rechnen; die Teile können aufgrund von Gründichtegradienten nach dem Brand Risse zeigen oder sich mehr oder weniger stark verziehen. Meist gelingt es erst nach mehreren Iterrationsschleifen, durch Umkonstruktion der Werkzeuge riß- und verzugsfreie Bauteile herzustellen. Diese Vorgehensweise ist nicht nur äußerst kostenintensiv, sondern führt zusätzlich zu oft mehrmonatigen Überschreitungen der gegenüber dem Kunden genannten Liefertermine. Eine einigermaßen genaue Abschätzung des Zeitaufwands ist oft nur schwer möglich.

Der Schwerpunkt der in diesem Kapitel beschriebenen Aktivitäten, die größtenteils vom BMBF gefördert wurden, ist eine Einführung in die numerische Simulation des Pressens und Sinterns mit der Methode der Finiten Elemente. Meist werden dazu geeignete Materialgesetze für das Pressen und das Sintern in Finite-Element-Programmen implementiert. Aber erst durch die Entwicklung expliziter FEM-Codes wie z. B. ABAQUS/Explicit können auch dreidimensionale Probleme des Pressens in angemessenen Rechenzeiten gelöst werden. Mit dem so geschaffenen Simulationswerkzeug können Werkzeugformen und Preßpläne schon im Vorfeld des Werkzeugbaus optimiert werden, wie anhand eines einfachen Beispiels gezeigt wird. Eine Zusammenfassung einiger Simulationsmethoden im Bereich Matrizenpressen wird z. B. in [1,2] gegeben. Ein Überblick über die Simulation des Sinterns ist in [3] zu finden.

 T. Kraft, H. Riedel, O. Rosenfelder and P. Stingl, *Computational Optimization of Parts Produced from Ceramic Powders*, in: Microstructures, Mechanical Properties and Processes, Y. Bréchet (ed.), EUROMAT 1999, Vol. 3, Wiley-VCH, Weinheim, Germany (2000) 337-342.

Computational Optimization of Parts Produced from Ceramic Powders

Torsten Kraft, Hermann Riedel, Fraunhofer-Institute for Materials Mechanics, Freiburg Ottmar Rosenfelder, Peter Stingl, CeramTec AG, Lauf, Germany

1 Introduction

One of the most important production routes for ceramic parts is uniaxial die pressing and sintering. Today, complex parts can be produced that were inconceivable just a few years ago. Except for the very simplest part geometries it is not possible to achieve a homogeneous green density distribution by die compaction. Rather, the density is more or less inhomogeneous depending on the part geometry, the tool design and the friction between powder and die wall. As a result the part undergoes shape distortions during sintering, or cracks may develop. Since the correction of shape distortions by hard machining is expensive and the tolerance requirements are often extremely high, it may be a costly and time-consuming process to find a tool design and a pressing schedule giving good parts within the required tolerances, if one relies solely on trial and error. An alternative is to optimize the process by computer simulation.

Finite element (FE) simulations of die compaction and sintering allow qualitative and quantitative predictions of undesirable distortions after firing. The prediction of crack formation and its avoidance is an even more demanding challenge. A summary of the state of the art in simulating die pressing is given in [1,2] and an overview about sintering simulations is presented in [3,4]. This contribution will demonstrate that the simulation can be used to optimize the tool geometry in order to compensate undesirable warpage.

2 Simulation Procedure

One basis for successful predictions of shape distortions is a reliable constitutive model for describing the mechanical response of the powder. In the present work, the modeling of the powder behavior during compaction is based on the Drucker-Prager-Cap model. This phenomenological model is characterized by a yield criterion, a hardening function and a flow rule.

At the present time the compaction of complex three-dimensional parts can be simulated only by dynamic explicit codes. We use ABAQUS/Explicit[®], which offers several soil mechanics material models including the Drucker-Prager-Cap model. One advantage of using a commercial FE program is its relative user-friendliness. In addition, these programs are widely distributed in the processing industry for performing mechanical calculations. Complex shaped parts can be simulated without worrying about boundary conditions or mesh generation.

- T. Kraft, O. Coube and H. Riedel, *Finite Element Simulation of Die Pressing and Sintering*, in: Advanced Ceramics and Composites, R. Gadow (ed.), Expert-Verlag, Renningen-Malmsheim (2000) 130-136.
- O. Coube, H. Riedel and T. Kraft, Better Density Homogeneity and Reduced Warpage by Numerical Simulation of Die Pressing and Sintering, Powder Metallurgy World Congress 2000, Kyoto, Japan (in press).

BETTER DENSITY HOMOGENEITY AND REDUCED WARPAGE BY NUMERICAL SIMULATION OF DIE PRESSING AND SINTERING

O. Coube, H. Riedel and T. Kraft

Fraunhofer-Institute for Materials Mechanics, Wöhlerstr. 11, D-79108 Freiburg, Germany

Abstract - Die compaction and sintering are simulated numerically using self-developed models implemented in the finite element code ABAQUS[®]. The explicit version of the program is applied to predict the density distribution after pressing, while sintering is simulated with the implicit version giving the shrinkage and warpage of the part during the sintering process. As a first example, an AlN cooling device for power electronics is considered. In this application the density distribution is improved and the warpage is reduced by optimizing the positions of the tool components in the filling position. An alternative to obtain near-net-shape parts is to use specially shaped punches to compensate the distortions that inevitably occur during sintering. This is demonstrated for an Al_2O_3 disc seal, for which the optimum punch geometry is determined by simulation.

KEYWORDS: POWDER, COMPACTION, SINTERING, WARPAGE, OPTIMIZATION, NUMERICAL SIMULATION

I. INTRODUCTION

One of the most important production routes for powder metal or ceramic parts is uniaxial die pressing and sintering. Today, complex parts can be produced that were inconceivable just a few years ago. Except for the very simplest part geometries it is not possible to achieve a homogeneous green density distribution by die compaction. Rather, the density is more or less inhomogeneous depending on the part geometry, the tool design and the friction between powder and die wall. As a result the part undergoes shape distortions during sintering, or cracks may develop. Since the correction of shape distortions by hard machining is expensive and the tolerance requirements are often extremely high, it may be a costly and time-consuming process to find a tool design and a pressing schedule giving good parts within the required tolerances, if one relies solely on trial and error. An alternative is to optimize the process by computer simulation.

Finite element (FE) simulations of die compaction and sintering allow qualitative and quantitative predictions of undesirable distortions after firing. The prediction of crack formation and its avoidance is an even more demanding challenge. A summary of the state of the art in simulating die pressing is given in [1,2] and an overview about sintering simulations is presented in [3,4]. This contribution will demonstrate that the simulation can be used to optimize the filling position or the tool geometry in order to compensate undesirable warpage. Further examples of the present authors are given e.g. in [6-8].

II. SIMULATION OF A COOLING DEVICE

As a first example, an AlN cooling device (Fig. 1) is considered, which is used in the power electronics of railed vehicles. The part is compacted by a mechanical press. Due to the inhomogeneous density distribution after pressing, undesired warpage occurs during sintering. Fig. 2 shows the predicted density distribution after pressing obtained by a FE simulation together with the warpage after sintering for one half of the geometry.



Fig. 1 AIN cooling device, produced by ANCeram, Germany.



Fig. 2 A: Density distribution after pressing. B: Warpage (magnified by 3) after sintering.

 T. Kraft, O. Coube and H. Riedel, *Numerical Simulation of Pressing and Sintering in the Ceramic and Hard Metal Industry*, in: Recent Developments in Computer Modelling of Powder Metallurgy Processes, NATO Advanced Research Workshop, Series III: Computer and Systems Science – Vol. 176, A. Zavaliangos, A. Laptev (eds.), IOS Press, Amsterdam, Netherlands (2001) 181-190.

Numerical Simulation of Pressing and Sintering in the Ceramic and Hard Metal Industry

T. Kraft, O. Coube and H. Riedel

Fraunhofer-Institute for Materials Mechanics Wöhlerstrasse 11, D-79108 Freiburg, Germany

Abstract

A method to simulate die pressing and sintering of ceramic and hard metal parts is presented. By implementing user defined routines for both processes into the general purpose finite element program ABAQUS[®] quantitative predictions of shape distortions can be obtained. By computational optimization of the individual production steps suggestions can be made to improve the final properties. As an example for both die pressing and sintering a complex three-dimensional part is simulated and a suggestion to reduce the distortion is given. The special problem of penetrating upper punches in multi level tools is investigated in a parameter study.

1. Introduction

One of the most important production routes for ceramic or hard metal parts is uniaxial die pressing and sintering. Today, complex parts can be produced that were inconceivable just a few years ago. Except for the very simplest part geometries it is not possible to achieve a homogeneous green density distribution by die compaction. Rather, the density is more or less inhomogeneous depending on the part geometry, the tool design and the friction between powder and die wall. As a result the part undergoes shape distortions during sintering, or cracks may develop. Since the correction of shape distortions by hard machining is expensive and the tolerance requirements are often extremely high, it may be a costly and time-consuming process to find a tool design and a pressing schedule giving good parts within the required tolerances and without cracks, if one relies solely on trial and error.

A recent survey of the powder metallurgy part production showed that 70 % of compaction tooling is complex, incorporating multi level punches and powder transfer. The delivery time of a new component is controlled by tooling design, manufacture and commissioning. However, the commissioning of a new tool is often a lengthy process

10.T. Kraft, H. Riedel, O. Rosenfelder, F. Wittig, *Density Evolution in a Powder Compact and Stresses in the Tools during Uniaxial Die Compaction*, Materials Week 2000, München.

Density Evolution in a Powder Compact and Stresses in the Tools during Uniaxial Die Compaction

T. Kraft^{*} and H. Riedel^{*}

INTRODUCTION

The powder metallurgy route is a major production route for ceramic parts (as well as for other materials like hard metals or sinter metals). Today, complex parts can be produced by multi-level tools that were inconceivable just a few years ago. The often extremely high tolerance requirements of the parts and the cost for hard machining of a sintered component are a challenge for die pressing.

Except for the very simplest part geometries it is not possible to achieve a homogeneous green density distribution by die compaction. Rather, the density is more or less inhomogeneous depending on the part geometry, the tool design and the friction between powder and die wall. As a result the part undergoes shape distortions during sintering, or cracks may develop.

The delivery time of a new component is controlled by tooling design, manufacture and commissioning. However, the commissioning of a new tool is often a time-consuming process incurring high costs of press downtime. During die compaction the tooling has to endure high stresses as well as wear. Thus, tool fracture occurring during production is another costly factor whose probability is related to the complexity of the tooling.

A faster alternative to the conventional method of trial and error is to optimize the whole process by computer simulation. Finite element simulations of the compaction process in combination with appropriate material laws for the powder allow quantitative predictions of the tool loadings, of the green density distribution and of the sinter distortions. As an example, the pressing of a complex three-dimensional part made of Al_2O_3 powder is used to demonstrate the possibilities of the simulation.

SIMULATION PROCEDURE

A summary of the state of the art in simulating die pressing is given in /1,2/ and an overview about sintering simulations is presented in /3,4/. A prerequisite for successful simulations are reliable constitutive models for describing the mechanical response of the powder. In our simulations, we use an extended version of the Drucker-Prager-Cap model to describe the powder behavior during compaction /2/. This phenomenological model is characterized by a yield criterion, a hardening function and a flow rule. To model complex shaped parts, we have implemented this model as a user subroutine in ABAQUS/Explicit[®]. One advantage of using a commercial FE program is its relative user-friendliness.

11. T. Kraft, H. Riedel and O. Rosenfelder, *Belastungen der Werkzeuge beim Pulverpressen*, in: Handbuch Technische Keramische Werkstoffe, Hrsg. J.

^{*} Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik

Wöhlerstr. 11, 79108 Freiburg

Kriegesmann, Fachverlag Deutscher Wirtschaftsdienst, Köln, 62. Erg.-Lfg. – April 2001, Kapitel 3.4.3.3 (2001) 1-18.

Belastungen der Werkzeuge beim Pulverpressen

T. Kraft, H. Riedel, Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik, Freiburg

O. Rosenfelder, CeramTec AG, Lauf

5 EINLEITUNG

Die Trockenpresstechnologie hat sich bei der Herstellung von keramischen Formkörpern insbesondere aus Kostengründen großtechnisch etabliert und gehört zu den Standardformgebungsverfahren in der technischen Keramik. Aufgrund der immer komplizierter werdenden Bauteilgeometrien werden die Anforderungen an die Presstechnologie laufend größer. So können heute Bauteile trockenpresstechnisch hergestellt werden, deren Fertigung vor einigen Jahren noch nicht denkbar war.

In diesem Problemfeld kommt der Werkzeugkonstruktion und –auslegung eine Schlüsselfunktion zu. Bei komplizierten Bauteilgeometrien muss oft mit mehrfach unterteilten beweglichen Stempeln gearbeitet werden. Bei der Ersteinrichtung von derartigen Werkzeugen ist im Regelfall mit großen Problemen zu rechnen; die Teile können auf Grund von Gründichtegradienten nach dem Sintern Risse zeigen oder sich mehr oder weniger stark verziehen. Meist gelingt es erst nach mehreren Iterationsschleifen riss- und verzugsfreie Bauteile herzustellen.

Ein weiteres Problem betrifft die Werkzeugbelastungen der immer komplexer werdenden Stempel. Durch die Pulverbewegungen beim Verdichten werden die Stempel oftmals Biegebeanspruchungen ausgesetzt, die nach länger Einsatzdauer zum Versagen führen können. Die sichere Auslegung ist ohne genaue Kenntnis der auftretenden Kräfte nur schwer möglich.

Die bisher überwiegend durchgeführte empirische Vorgehensweise beim Einrichten der Werkzeuge ist nicht nur äußerst kostenintensiv, sondern führt zusätzlich zu oft mehrmonatigen Überschreitungen der gegenüber dem Kunden genannten Liefertermine. Eine einigermaßen genaue Abschätzung des Zeitaufwands ist oft nur schwer möglich.

In diesem Kapitel wird die Anwendung der numerische Simulation des Pressens zur Bestimmung der Werkzeugbelastung vorgestellt. In einem früheren Beitrag [1] wurden bereits die Grundlagen der Simulationen mit der Methode der Finiten Elemente vorgestellt. Durch Implementation geeigneter Materialgesetze für das Pressen (und das anschließende Sintern) in Finite-Element-Programmen können Werkzeugformen und Presspläne schon im Vorfeld des Werkzeugbaus optimiert werden (siehe z. B. [2 bis 6]). Auch zur Vorhersage der Rissbildung kann die Simulation vorteilhaft eingesetzt werden [7].

Posterpräsentation:

T. Kraft, O. Coube, H. Riedel, *Kostenoptimierte und prozesssichere Herstellung von Bauteilen durch neuartige Bindersysteme und numerische Simulation*, 2. Statusseminar FORKERAM, Erlangen, 18.09.2000

Geplant:

- 12. M. Groß, J. Lehmann, B. Richter, G. Ziegler, H.-J. Pohlmann Vergleich von 4-Punkt-Biegetest und Indenterverfahren - Übereinstimmung und Grenzen der Methoden zur Charakterisierung von Grünkörpern DKG-Symposium "Grünkörpercharakterisierung", 28.-29. Mai 2001 (Vortrag und Veröffentlichung)
- B. Richter, M. Groß, H.-J. Pohlmann, J. Lehmann, G. Ziegler Binderoptimisation for Improved Green Machining of Cold Isostatically Pressed Si3N4-Ceramics J. Europ. Ceram. Soc.
- 14.B. Richter, M. Groß, G. Lang, H.-J. Pohlmann, U. Janosovits, J. Lehmann, G. Ziegler Bearbeitbarkeit von Si3N4-Grünkörpern in Abhängigkeit von den Binderpolymer-Eigenschaften Jahrestagung der DKG, Bayreuth, 8.-10. Oktober 2001 (Vortrag und Veröffentlichung)

Projekt II-2

Rheologische und strömungsmechanische Untersuchungen an Schlickern zur Herstellung großer Keramiksubstrate mit geringer Dickentoleranz über das Foliengießverfahren

Projektleitung

Kerafol GmbH Dipl.-Ing. Franz Koppe 92676 Eschenbach i.d.Opf. Tel.: 09645-88300 Fax: 09645-88390 Email: kerafol.com@t-online.de

Projektpartner

Universität Erlangen-Nürnberg Lehrstuhl für Glas und Keramik Prof. Dr. Andreas Roosen Martensstr. 5 91058 Erlangen Tel.: 09131-8527547 Fax: 09131-8528311 Email: roosen@ww.uni-erlangen.de

Universität Erlangen-Nürnberg Lehrstuhl Polymerwerkstoffe Prof. Dr. Helmut Münstedt Martensstr. 7 91058 Erlangen Tel.: 09131-8528593 Fax: 09131-8528321 Email: polymer@ww.uni-erlangen.de



Werkstoffwissenschaften



1 Einleitung

Über das Foliengießverfahren werden heute im großem Maßstab Substrate, Gehäuse, Kondensatoren, Piezoaktuatoren sowie Gassensoren gefertigt. Bei der Herstellung der Folien ist ihre Dicke und damit auch die der gesinterten Produkte schwer kontrollierbar. Zur Minimierung der Höhenschwankungen und der Dichtegradienten in der Grünfolie wurden in diesem Projekt apparative Parameter der Gießanlage, das komplexe rheologische Verhalten der Gießschlicker sowie die Strömungsverhältnisse im Gießschuh umfassend untersucht.

Für den Keramiker wird das Steuern der Dickenschwankung dadurch erschwert, dass die Schlicker für unterschiedliche Produkte unterschiedliche anorganische und organische Zusammensetzungen und damit ein anderes Gießverhalten haben, das darüber hinaus auch noch von der Vorgeschichte der Schlicker wie Lagerzeit und Scherung durch Filterung abhängt.

Über den Einsatz eines Laser-Doppler-Anemometers wurden dabei erstmals die Strömungsverhältnisse von hochviskosen newtonschen Polymerlösungen in Größe und Richtung direkt am Gießschuh vermessen. Zur Vorbereitung der vorgesehenen Messungen der Strömungsverhältnisse im Gießschuh wurde ein Doppelkammergießschuh gefertigt, dessen Seitenwände aus Glas sind.

Zur Messung der Grünfoliendicke wurde ein laseroptisches Messverfahren der Fa. KEYENCE eingesetzt. Die Vorteile dieser Messmethode sind eine hohe Auflösung von 1 µm, ein Messabstand von ca. 40 mm von der getrockneten Folien, die Robustheit der Messeinrichtung und die Materialunabhängigkeit.

2 Ausgangssituation und Durchführung der Arbeiten

Ziel des Vorhabens war die Reduzierung der Dickenschwankung von 10 % auf 7 % ersten Projektjahr und auf 5 % im zweiten Projektjahr. im Diese Qualitätsverbesserungen Foliengießverfahren der über das hergestellten keramischen Grünfolien sind nur über ein besseres Verständnis des Fließverhaltens der keramischen Schlicker im Gießkasten erreichbar.

Dabei ist einerseits das Fließverhalten des Schlickers, das durch stoffliche Größen und durch die Temperatur beeinflusst wird, von größter Bedeutung. Zur umfassenden Beschreibung des Verarbeitungsverhaltens der Schlickersysteme muss die Viskosität in Abhängigkeit von der Scherrate oder der Schubspannung bestimmt werden. Dazu wurde vom Lehrstuhl für Glas und Keramik ein Rotationsviskosimeter der Firma PHYSICA angeschafft. Das modulare Rheometersystem PHYSICA UDS 200 ermöglicht die Messung der Viskosität newtonscher und nicht-newtonscher Flüssigkeiten bei stationärer Scherströmung sowie bei instationärer Scherströmung und damit die Messung viskoelastischer Stoffgrößen bei Oszillations-, Kriech-, Spann- und Relaxationsvorgängen sowie die Überlagerung von Oszillationsversuchen mit einer konstanten Scherung. Als Messsystem dient ein Kegel-Platte-System (MK 23) für rotierend durchgeführte Messungen oder ein Platte-Platte-System für oszillierend durchgeführte Messungen.

Andererseits sind die Strömungsverhältnisse im Gießschuh von großer Bedeutung für die aus dem Gießschuh austretende Schlickermenge und damit für die Produktgualität. Im vorliegenden Projekt wurden erstmals die Strömungsverhältnisse von hochviskosen Modellfluiden in Größe und Richtung mittels eines Laser-Doppler-Anemometers (LDA) direkt am Gießschuh gemessen. Dazu wurde vom Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe das vorhandene Laser-Doppler-Anemometer (LDA) am Gießband des Lehrstuhls Glas und Keramik aufgestellt und rekalibriert. Am Gießband wurde ein entsprechender gläserner Gießschuh installiert und die Strömungsverhältnisse für unterschiedliche Gießparameter in situ vermessen und optimiert. Durch den modularen Aufbau des Gießschuhs konnten die Strömungszustände für unterschiedlichste Schneidengeometrien experimentell bestimmt werden. Für einen einfach zu modellierenden Fall wurden die Ergebnisse durch den Vergleich mit Modellrechnungen einer Bewertung unterzogen.

Zur Überprüfung der Auswirkungen von Änderungen am Schlicker und Gießkasten auf die Dickenverteilung der Folie wurde bei der Fa. KERAFOL ein berührungsloses online-Dickenmessverfahren eingesetzt. Es wurden verschiedene Schneiden, die vorher mit der LDA vermessen wurden, in der Fertigung eingesetzt und die damit erreichte Dickenkonstanz mit der Standardgeometrie verglichen.

3 Ergebnisse

3.1 Rheologische Untersuchungen

Es wurden rheologische Untersuchungen an organischen (ohne Feststoffbeladung) und keramischen Systemen durchgeführt, die deutliche Abhängigkeiten der Viskosität von der Zusammensetzung, der Umgebungsatmosphäre sowie der Temperatur zeigten. Es wurden Viskositätskurven eines Schlickers der Fa. Kerafol auf ZrO₂-Basis aufgenommen. Die hierbei ermittelten Daten dienten als Basis für die Entwicklung eines eigenen keramischen Testschlickers mit gleichem Fließverhalten. Der entwickelte Schlicker basiert auf Y₂O₃-stabilisiertem Zirkondioxid, einem azeotropen Lösemittelgemisch MEK/Ethanol, dem Binder Polyvinylbutyral sowie dem Weichmacher Butylbenzylphtalat. Als Dispergiermittel wurde eine polykondensierte Fettsäure verwendet. Nach Variation der Feststoff-, Dispergiermittelund Weichmachervolumenanteile konnte eine Viskositätskurve erreicht werden, die der des Kerafol-Schlickers weitestgehendes entspricht (Abb. 1). Auf Basis dieses Schlickers wurde für die LDA-Messungen eine transparente Modellsubstanz mit weitestgehend gleichem Viskositätsverlauf ausgewählt.



Abb. 1: Vergleich der Viskositätskurven des Kerafol-Schlickers, Testschlickers und Siliconöls AK Wacker 12500

Die Viskosität der reinen organischen Binderlösung nimmt sehr stark mit steigender Temperatur ab (Abb. 2). Diese Viskositätsabnahme der Kurve lässt sich in einem weiten Bereich durch einen Arrhenius-Plot beschreiben, wonach

$$\eta = K \cdot \exp[\frac{E}{R \cdot T}]$$

mit η = Viskosität, K = Stoffkonstante, E = Fließaktivierungsenergie, R = Boltzmann-Konstante und T = Temperatur ist.

Der Gelierungseffekt wird bei diesen Versuchsbedingungen ($\dot{\gamma}$ = 100 s⁻¹) nicht deutlich, da die hohen Scherkräfte die temperaturbedingte Vernetzung der langen Bindermolekülketten zerstören.



Abb. 2: Viskositätsmessung einer Binderlösung in Abhängigkeit von der Temperatur bei konstanter Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$)

Im Rahmen dieses Projektes wurden ebenfalls umfangreiche Untersuchungen an verschiedenen in der Fertigung von KERAFOL eingesetzten PVB-Bindern durchgeführt, um mögliche Unterschiede in der Qualität der Binder festzustellen. Bei PVB-Bindern, einem statistischen Terpolymer aus Polyvinylalkohol, Polyvinylacetat und dem zyklischen Butyral von Polyvinylalkohol kann es neben den bewußt eingestellten verschiedenen Molgewichten auch zu unterschiedlichen Anteilen an diesen Komponenten kommen, was wiederum die Viskosität beeinflusst. Die Messungen der Viskosität der PVB-Lösungen wurden in Abhängigkeit von der

Scherrate (100 s⁻¹ - 0,001 s⁻¹) bei konstanter Temperatur (T = 25 °C) durchgeführt (Abb. 3).



Abb. 3: Viskosität verschiedener Binderlösungen in Abhängigkeit von der Schergeschwindigkeit

Alle gemessenen Proben zeigen ein zeitabhängiges strukturviskoses Verhalten im Bereich niedriger Schergeschwindigkeiten. Bei höheren Schergeschwindigkeiten (> 1 s⁻¹) bildet sich ein konstantes Viskositätsniveau (Newton'sches Plateau) aus. Das unterschiedliche Viskositätsniveau im Newton'schen Bereich hängt von der Molmasse des PVB-Binders und der Kettenlängenverteilung der Polymere ab. Im Bereich niedriger Schergeschwindigkeiten liegt eine hohe Viskosität vor, da die Verschlaufungen und Verhakungen der langen Polymerketten nicht auseinandergerissen werden können. Mit steigender Scherkraft werden die Polymerketten ausgerichtet und die Verhakungen gelöst (Ausbildung des zeitunabhängigen Newton'schen Plateaus). Die Proben PVB 8 und PVB 4 zeigen die größte Viskosität, d.h. sie besitzen die größte Molmasse (M_{mol} = 100.000 g/mol). Die niedrigste Viskosität besitzt die Probe PVB 7 (M_{mol} = 60.000 g/mol). Die Proben PVB 3 und PVB 5 zeigen einen gleichen Verlauf der Viskositätskurve. Die Proben sind vom gleichen PVB-Typ, stammen aber aus verschiedenen Fertigungschargen.

3.2 Strömungsmechanische Untersuchungen mittels LDA

Entsprechend den Anforderungen des Lehrstuhls Polymerwerkstoffe wurde das Gießband am Lehrstuhl für Glas und Keramik umgebaut, um den Zugang für die LDA- Anlage optimal zu gestalten. Der Gießschuh wurde mit einem Glaseinsatz an der Seite versehen, um einen laseroptischen Zugang zu den Strömungsverhältnissen während des Gießprozesses zu ermöglichen. Die Rakel wurden für verschiedene Schneidengeometrien konstruiert, um die Auswirkungen der Schneidenprofile an die Strömungsverhältnisse im Gießschuh zu untersuchen. Einige wichtige Beispiele sind in Abb. 4 gezeigt.



Abb. 4: Untersuchte Schneidengeometrien

Die LDA-Untersuchungen der Geschwindigkeitsverteilung im Doppelkammergießschuh erfolgten in fünf relevanten Strömungsbereichen. Eine schematische Anordnung der untersuchten Strömungsbereiche im Gießschuh ist in Abb. 5 dargestellt.



Abb. 5: Schematische Darstellung der Strömungsbereiche und der Anordnung ausgewählter Schneidengeometrien

In Abb. 6 sind die Messergebnisse der LDA-Untersuchungen im Einlaufbereich (E) dargestellt. Bei konstanter Ziehgeschwindigkeit von 6,43 m/h tritt eine sekundäre Rückströmung auf. Unter der Schneide bildet sich ein Strömungsprofil aus, das durch die bewegte Trägerfolie geprägt wird und dem hydrostatischen Druck überlagert ist. Bei einem reinen hydrostatitischen Druck ($v_{zieh} = 0$ m/h) wurde keine Rückströmung festgestellt. Unter der Schneide herrscht eine parabolische Druckströmung. Aufgrund der möglichen Entmischungen des keramischen Schlickers durch die auftretende sekundäre Strömung ist diese im Gießprozess unerwünscht.





Abb. 7: Ergebnis der LDA-Untersuchungen im Zwischenbereich (S)

Abbildung 7 zeigt die Strömungsumkehr der erfassten Geschwindigkeits-komponente $v_x(x)$ bei konstanter Ziehgeschwindigkeit, die im Bereich S zwischen den Schneiden 1 und 2 für verschiedene z-Positionen (Höhen) erhalten wurde. In Nähe der bewegten Trägerfolie (z-Positionen z= -1 mm bis -3 mm) fließt die Modellsubstanz in Ziehrichtung, die Strömungsumkehr (negative Geschwindigkeit $v_x(x)$) findet für Positionen z= -5 mm und z= -6 mm statt. Eine Sekundärströmung kann auch als ein nahezu abgeschlossener Kreislauf interpretiert werden, in dem so gut wie kein Materialaustausch mit der Hauptströmung stattfindet. Überträgt man die gewonnene über die Existenz von Sekundärströmungsgebieten auf "reale" Erkenntnis keramische Schlicker, so ist es vorstellbar, dass das im keramischen Schlicker enthaltene Lösungsmittel mit fortlaufender Prozesszeit (bzw. Verweilzeit in der Sekundärströmung) verdampft und es folglich zu einer deutlichen Veränderung des Fließverhaltens des Systems im bestimmten Bereichen des Fließkanal kommt. Durch den Einbau eines Winkels an der Schneide 1 ist es möglich, die Größe des Sekundarströmungsgebietes zu reduzieren.

Die Ergebnisse der LDA-Untersuchungen unter der ersten Schneide in Abhängigkeit von der Ziehgeschwindigkeit sind in Abb. 8 dargestellt. Die Form der Strömungsprofile hängt sehr stark von der Ziehgeschwindigkeit ab. Bei kleineren Ziehgeschwindigkeiten überwiegt die Druckströmung (Druckprofil) die laminare Strömung (Ziehprofil). Durch Erhöhung der Ziehgeschwindigkeit geht der Einfluss des hydrostatischen Drucks zurück. Die laminare Strömung überwiegt bei hohen Ziehgeschwindikeiten. Die Überlagerung beider Strömungsprofile konnte ebenfalls mathematisch beschrieben werden, wobei bei dieser einfachen Geometrie eine ausgezeichnete Übereinstimmung mit den Meßwerten vorlag. Bei komplexeren Schneidengeometrien und Anordnungen hat die LDA eindeutige Vorteile.



Abb. 8: Strömungsprofile unter der ersten Schneide in Abhängigkeit von der Ziehgeschwindigkeit

Im Bereich V vor der ersten Schneide stellt sich ein unterschiedlich stark ausgeprägtes "Aufschwellen" des Modellfluids in Abhängigkeit von unterschiedlichen Schneidengeometrien ein. Abb. 9 belegt das starke "Aufschwellen" vor der Schneide (x-Positionen > 0) durch messbare Geschwindigkeiten v_x für Positionen z < 0. Die Stärke des "Aufschwellens" ist ein wesentliches Kriterium für die resultierende Dickenschwankung der gegossenen keramischen Folie. Durch die richtige Wahl der Schneidengeometrie incl. Einlaufwinkel und die Erhöhung der Ziehgeschwindigkeit kann die Stärke des Aufschwellens reduziert werden. Da jedoch durch den Prozess die Ziehgeschwindigkeit nur geringfügig verändert werden kann, kommt der Schneidengeometrie die Hauptbedeutung zu.



Abb. 9: LDA-Untersuchungen zum "Aufschwellen" des Modelfluids vor der ersten Schneide

Der Einsatz der LDA ermöglichte zum ersten Mal die im Gießschuh real auftretenden Strömungszustände in situ zu bestimmen. Dabei zeichnet sich die Methode durch eine hohe räumliche Auflösung (30 µm) und eine genaue Bestimmung der Richtung und Größe der Strömungsgeschwindigkeiten aus. Die Fülle der Ergebnisse kann hier werden. sich nicht dargestellt Insgesamt zeigten Abhängigkeiten der Dickenschwankung des gegossenen keramischen Substrates von verschiedenen Prozessparametern (Ziehgeschwindigkeit, Schneidengeometrie, hydrostatischer Druck).

Alle strömungsmechanischen Vorgänge im Gießschuh in Abhängigkeit von der Ziehgeschwindigkeit, der Schneidengeometrie und dem hydrostatischen Druck wurden zusätzlich mit einer Videokamera dokumentiert.

Die Erkenntnisse der LDA-Messungen sind in die Gestaltung der geänderten Gießbladegeometrie am Produktionsband eingeflossen. Dabei konnte festgestellt werden, dass die Schneidengeometrien starken Einfluss auf das erreichte Dickenprofil haben.

3.3 Durchführung von Gießversuchen und Messung der Dickentoleranz

Bei der Fa. Kerafol wurde ein Messystem der Fa. KEYENCE am Gießband installiert, das die online-Dickenmessung der Folien ermöglicht. Es konnte gezeigt werden, dass durch das Meßsystem eine Genauigkeit von +/-2 µm realisiert werden kann.

Des weiteren konnte durch die Installation der online-Messung eine Grafik entwickelt werden, die während der Fertigung einen schnellen Überblick über die Dickenverteilung einer gegossenen Gießcharge ermöglicht. In Abb. 10 ist die Messung einer 600 μ m dicken Grünfolie dargestellt, die über die gesamte Gießlänge in der Gießbreite eine Dickenverteilung von +/- 5% erreicht.



Abb. 10: Dickenverteilung einer Grünfolie mit einer Dicke von 600 µm

Der Vergleich der Dickenverteilungsprofile von neuen Geometrien mit dem des Standardschneidenprofils von Kerafol zeigte teilweise deutliche Unterschiede. Dabei wurde bei den vergleichenden Untersuchungen darauf geachtet, dass jeweils die gleichen Rohstoffchargen zum Einsatz kamen. Darüber hinaus konnte ein Einfluss der Oberflächengüte der Gießblades auf die Dickenverteilung der Grünfolien beobachtet werden. Über eine Verbesserung der Oberflächengüte der Schneiden konnte die Dickenverteilung positiv beeinflußt werden.

Durch die geometrischen Änderungen am Gießblade konnten Verbesserungen der Dickenschwankung im Bereich +/- 5% erreicht werden. Die Ergebnisse konnten für

mehrere Gießchargen reproduziert werden. Die teilweise doch noch auftretenden Dickenschwankungen über 5% dürften in Rohstoffschwankungen begründet sein, die bei den durchgeführten Untersuchungen nicht mit betrachtet wurden.

Generell kann aber zusammengefasst werden, dass durch die Kenntnisse der Strömungen im Gießkasten und die Besonderheiten der Schlicker-Rheologie eine Optimierung der Dickenverteilung gegossener Folien bis in die Größenordnung +/-5% erreichbar ist. Die gezielte Beobachtung der Ursache-Wirkungsrelation von Rohstoffparametern und Dickenverteilungen sollte aber weiter beachtet werden. Die online-Dickenmessung mit Auswertung bietet dazu eine gute Möglichkeit der Prozeßkontrolle und wird in der Serienfertigung bereits in der Dokumentation eingesetzt.

4 Zusammenarbeit der Projektpartner

Die Zusammenarbeit gestaltete sich während des gesamten Projektzeitraums sehr effektiv und der Informationsaustausch zwischen den Partnern lief reibungslos. Die in regelmäßigen Zeitabständen stattgefundenen gemeinsamen Projekttreffen, bei denen die Einzelergebnisse diskutiert und bewertet wurden, führten zur klaren Festlegung der weiteren Vorgehensweise. Die Bewertung der Ergebnisse waren vor allem durch die Synergie der unterschiedlichen Betrachtungsweisen der Rheologie von "mit Keramik gefüllten Polymerlösungen" bzw. "keramischen Schlickern" geprägt und sehr konstruktiv. Auszüge der Ergebnisse wurden in Vorträgen und in 2 gemeinsamen Veröffentlichungen niedergelegt, weitere Vorträge und Veröffentlichungen sind geplant.

5 Veröffentlichungen

M. Svec, A. Roosen, M. Schmidt, H. Münstedt, T. Betz, F. Koppe, *Rheology and fluid mechanics of tape casting slurries*, Materials Week, 2000, Munich, Vortrag und Veröffentlichung (im Druck)

M. Schmidt, M. Heindl, H. Münstedt, M. Svec, A. Roosen, T. Betz, F. Koppe, *Investigation of the local flow behaviour in the tape casting unit for processing ceramic slurries by means of laser-Doppler velocimetry*, Materials Week 2000, Munich, in press Poster und Veröffentlichung (im Druck)

M. Schmidt, H. Münstedt, M. Svec, A. Roosen, T. Betz, F. Koppe, *The local flow behaviour of a Newtonian model fluid in a tape casting unit for processing ceramic slurries: an experimental study by laser-Doppler velocimetry*. J. Amer. Ceram. Soc., submitted

M. Schmidt, H. Münstedt, M. Svec, A. Roosen, *Strömungsmechanische Untersuchungen in einem Fließkanal für das Foliengießverfahren von keramischen Schlickern mittels LDA,* Vortrag auf der Tagung der Deutschen Rheologischen Gesellschaft, Mai, 2001, Berlin

Projekt II-3

Verbesserung der Prozesssicherheit bei der Formgebung mittels Schneckenextrudern bei Massen für keramische Hochleistungswerkstoffe

Projektleitung

CeramTec AG	Tel.: 09123-77252
Dr. Peter Stingl	Fax: 09123-77465
91192 Lauf	Email: stingl.ceramtec@t-online.de

Projektpartner

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik	Tel.: 0761-5142103
Dr. Hermann Riedel	Fax: 0761-5142110
Wöhlerstr. 11	Email: rl@iwm.fhg.de
79108 Freiburg	

Fachhochschule Nürnberg Fachbereich Werkstofftechnik Prof. Dr. Rolf Ebert Wassertorstr. 8 90489 Nürnberg

Tel.: 0911-58801172 Fax: 0911-58805177 Email: rolf.ebert@fh-nuernberg.de







Werkstoffmechanik

1 Ziel

Die Ziele des Vorhabens sind:

- Entwicklung produktionsrelevanter Charakterisierungsverfahren f
 ür das rheologische Verhalten von kr
 ümeligen, steifplastischen Hochleistungskeramikmassen
- Verbesserung des Verständnisses der Verdichtungsvorgänge bei der Extrudierformgebung steifplastischer keramischer Massen
- Entwicklung eines numerischen Simulationsverfahrens zur schnelleren und besseren Extrudierwerkzeugauslegung

Ein Schwerpunkt hierbei ist die Analyse existierender rheologischer Charakterisierungsverfahren aus der Keramik- und der Polymerindustrie bzgl. ihrer Eignung zur Charakterisierung von krümeligen, steifplastischen keramischen Extrusionsmassen und ggf. die Anpassung bzw. Weiterentwicklung ausgewählter Verfahren im Hinblick auf die Zielgrößen Messempfindlichkeit, Differenzierungsverhalten, Reproduzierbarkeit sowie Prüfaufwand. Ein weiterer Schwerpunkt ist die Entwicklung eines numerischen Simulationsverfahrens auf der Basis der Finite-Elemente-Methodik.

Der angestrebte Nutzen besteht darin, dass zum einen erst durch die Existenz eines schnellen, aussagekräftigen und kostengünstigen Charakterisierungsverfahrens für krümelige Extrusionsmassen zeit- und kostenaufwendige Extrusionsvorversuche vermieden werden können und zum anderen die Prozesssicherheit und die Ausbeute des Extrusionsprozesses, insbesondere bei Rohstoff- und Chargenwechsel, erhöht werden können. Die Möglichkeit der numerischen Simulation des Extrudierprozesses lässt eine systematische Auslegung der Werkzeuge zu, wodurch der Werkzeugkonstruktionsprozess verkürzt und die Kosten für Werkzeuganpassungen reduziert werden.

2 Ausgangssituation

Für eine wirtschaftliche Großserienfertigung von extrudierten keramischen Bauteilen sind robuste und beherrschte Technologien über die gesamte Prozesskette vom Rohstoff bis zum Fertigprodukt Voraussetzung. Gleichzeitig steigen die Kundenforderungen an Maßtoleranzen und Reproduzierbarkeit kontinuierlich an.

Auf dem Markt gibt es eine Reihe von Messverfahren zur Charakterisierung des rheologischen Verhaltens insbesondere von Flüssigkeiten und plastischen Massen. Viele in den letzten Jahrzehnten durchgeführte Versuche zeigten jedoch, dass die angebotenen Messgeräte für krümelige, steifplastische Keramikmassen nur bedingt bzw. ungeeignet sind.

Auch stehen bisher keine in der Praxis tauglichen numerischen Simulationsmethoden zur Beschreibung des Verdichtungsverhaltens von krümeligen, steif-plastischen Massen, wie sie üblicherweise für die Extrudierformgebung von Hochleistungskeramiken verwendet werden, zur Verfügung.

3 Durchführung der Arbeiten

Die Entwicklung der Charakterisierungsverfahren für krümelige, steifplastische Extrusionsmassen wird an 3 Werkstoffmassen mit deutlich unterschiedlichen Verformungsverhalten durchgeführt. Aus diesen Massen werden derzeit u. a. Serienbauteile (Sicherungskomponenten und Rohre) in großen Stückzahlen hergestellt.

Zu Beginn des Projektes wurde der aktuelle Kenntnisstand zu existierenden Methoden zur Charakterisierung von rheologischen Eigenschaften keramischer Extrusionsmassen zusammengestellt. Nach Auswahl potentiellen von Charakterisierungsverfahren, wurde deren Eignung zur Erreichung der gesteckten Ziele im Berichtszeitraum durch umfangreiche Messreihen überprüft. Hierbei wurde verstärkt externes Wissen aus dem Rheologie-Meßgerätebau (Bohlin, Haake, Kunststoffindustrie (Kunststoffzentrum Leipzig) Brabender), der und dem Extrusionswerkzeugbau (Fa. Braun) einbezogen.

Die Entwicklung eines geeigneten Werkstoffgesetzes für die FEM-Simulation wurde vorangetrieben sowie Charakterisierungsmessungen an den Massen zur Ermittlung der Werkstoffparameter für die Simulationsmodelle durchgeführt. Außerdem erfolgten eine Reihe von Simulationsrechnungen zur Verbesserung der FE-Methodik für die Simulation des Extrusionsprozesses.

4 Zusammenarbeit mit Partnern

Das Projekt wird von den drei Partnern FH-Nürnberg, FhG-IWM Freiburg und CeramTec AG Lauf sowie im Unterauftrag der Firma Dorst GmbH durchgeführt. Es wurde in zwei Teilprojekte "Charakterisierungsverfahren krümeliger, steifplastischer keramischer Extrusionsmassen" (Schwerpunkt der FHN) und "Entwicklung eines

numerischen Simulationsverfahrens für die Beschreibung der Extrusionsformgebung steifplastischer keramischer Massen" (Schwerpunkt IWM) aufgegliedert. Die Aufgabe des Industriepartners CeramTec besteht schwerpunktmäßig in der Koordination, der Vorgabe der Ziele und Anforderungsprofile, der Masseaufbereitung und -lieferung sowie im Test, der Bewertung und ggf. in der Umsetzung der Teilergebnisse der Institute im Technikum bzw. in der Produktion. Bei der Firma Dorst wurden Extrusionsversuche mit unterschiedlichen Prozessparametern durchgeführt. Durch regelmäßige Gesamt- und Teilprojekttreffen und einem ständigen Kontakt auf der Arbeitsebene werden der Know-how-Aufbau und -Transfer zwischen den Partnern sichergestellt.

5 Ergebnisse

5.1 Teilprojekt "Rheologische Charakterisierungsverfahren"

5.1.1 Allgemeine Bewertung

Im Rahmen des Projektes wurden verschiedene Messverfahren und -geräte auf ihre Eignung zur Charakterisierung des rheologischen Verhaltens von steifplastischen Massen untersucht. Im einzelnen waren dies:

- Parallelplattenplastometer
- Pfefferkorn, "modifizierter" Pfefferkorn
- Diverse Hochdruckkapillarrheometer
- Eigenbau-Kapillarrheometer
- Messextruder, Laborextruder
- Messkneter

Es zeigte sich, dass alle Verfahren für homogene, vorextrudierte Massen bzw. daraus hergestellte Proben im Prinzip für die Charakterisierung und Differenzierung des rheologischen Verhaltens geeignet erscheinen bzw. ein hohes Potential dafür aufweisen. Bis auf den Messkneter sind diese Verfahren jedoch ungeeignet, wenn die Massen in krümeliger Form vorliegen. Neben dem Messkneterverfahren hat das im Rahmen des Projektes von der FHN modifizierte Pfefferkornmessgerät ein interessantes Anwendungspotential, wenn auch eine möglichst einfache aber reproduzierte Probenherstellungsmethodik hierfür bisher nicht entwickelt werden konnte. In Tab. 1 ist die Bewertung der verschiedenen Verfahren in Bezug auf ihre Charakterisierung des rheologischen Verhaltens krümeliger Eignung zur steifplastischer Kaltextrusionsmassen vereinfacht zusammengefasst.

In der Kategorie "Tauglichkeit" wurde die Eignung in Bezug auf die Messempfindlichkeit, Differenzier- und Reproduzierbarkeit der Verfahren bewertet.

Die Kategorie "Aufwand" enthält sowohl apparativen wie auch den zeitlichen Aufwand für die Probenherstellung soweit notwendig wie auch die Zeiten für Messung, die Reinigung und Auswertung (i. d. R. vernachlässigbar).

Verfahren	Arbeitsaufwand			Kosten	Tauglichkeit
Maaaluaatar	Proben- herstellung	Reinigung	Messzeit		
Messkheter	+	+	+	-	+
Kapillarrheometer	-	0	+	-	-
Laborextruder	+	-	0	-	-
Eigenbaurheometer (Rohr mit seitlichem Austritt)	+	0	÷	0	-
Pfefferkorn	-	+	+	+	-
Modifizierter Pferfferkorn	-	+	+	+	-
Parallelplattenplastometer	-	÷	÷	0	-
Linseis-Gerät	-	0	0	0	-

Tab. 1: Bewertung verschiedener Massecharakterisierungsverfahren für <u>krümelige</u> Extrusionsmassen

Aus heutiger Sicht konnten nur mit dem Messkneter verwertbare Einzelergebnisse nachgewiesen werden. Um die Bewertung noch weiter zu festigen und Zusammenhänge zwischen den rheologischen Masseeigenschaften und den Endprodukteigenschaften erkennen zu können, müssten Serienmessungen in der Produktion durchgeführt werden. Es wird daher geprüft, ob innerhalb des Projekts noch ein solches Gerät für einige Monate ausgeliehen werden kann.

Die anderen Verfahren benötigen für eine aussagekräftige Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften bereits vorextrudierte bzw. vorhomogenisierte Massen. Dies ist jedoch mit einem für die Produktionsüberwachung meist unakzeptablen Aufwand verbunden.

5.1.2 Modifizierter Pfefferkorn

Messungen mit krümeligen Massen ergeben mit diesem Verfahren keine sinnvollen Ergebnisse. Hingegen werden mit vorverzogenen Massen auf relativ einfache Weise homogene Ergebnisse erzielt. Vergleicht man Massen mit unterschiedlichen Feuchtigkeiten, so ist kein Unterschied in der Stauchhöhe festzustellen. Mit der herkömmlichen Pferfferkornprüfung würden sich also keine Abweichungen im Messergebnis zeigen. Beim Vergleich der Kraft/Zeit- bzw. Kraft/Weg-Kurven bei der modifizierten Pfefferkornprüfung lassen sich aber durchaus Unterschiede erkennen. Aufgrund der Streuung der Messwerte, die sich allerdings nur schwer bestimmen lässt, sind vermutlich mindestens fünf Messungen nötig, um die Plastizität einer zu untersuchenden Masse eindeutig festzulegen.

5.2 Teilprojekt "Numerische Simulation des Extrusionsprozesses "

5.2.1 Experimentelle Ergebnisse

Zur Bestimmung der Modellparameter für die Simulationsrechnungen wurden Druck-Reibversuche durchgeführt. Untersucht wurden drei verschiedene und Keramikmassen mit je drei bis fünf Feuchtegehalten. Der gemessene Reibwert ist feuchteabhängig und nimmt mit zunehmender Normalkraft leicht zu. Der Einfluss des Extrudermaterials auf den Wand-Reibwert ist gering. Die Druckversuche wurden mit drei Geschwindigkeiten (1 mm/s, 12 mm/s, 144 mm/s bei 20 mm Probenhöhe) gefahren. Für einige Massen wurden zusätzlich Kriechversuche durchgeführt. Bild 1 zeigt die Spannungs-Dehnungskurven im Druckversuch für eine der untersuchten Massen. Erkennbar ist ein deutlicher Geschwindigkeitseinfluss. Wie erwartet hängt die Fließgrenze auch stark von der Feuchte der Masse ab (hier nicht dargestellt). An die Ergebnisse der Druckversuche wurde ein dehnratenabhängiges Werkstoffgesetz nach Johnson-Cook angepasst:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma/B}{1 + C\ln(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_{o})} - A/B\right)^{1/n}$$

wobei E der Elastizitätsmodul und A, B, C und n anpassbare Parameter sind. Die angepassten Kurven sind in Bild 1 zusammen mit den Messergebnissen dargestellt.



Bild 1: Wahre Spannungs-Dehnungskurven für eine Al₂O₃-Masse.

5.2.2 Simulationsergebnisse

Im Simulationsteil wurden FE-Rechnungen mit ABAQUS/Explicit für verschiedene Sicherungsröhrchen durchgeführt. Dabei wurden mehrere Varianten der Werkzeuggeometrie untersucht. Es zeigte sich, dass die Lauffähigkeit von ABAQUS von Materialparametern wie E-Modul, Dichte und Reibungskoeffizient abhängt. Parallele Untersuchungen mit dem FE-Programm FIDAP ergaben das erwartete Ergebnis, dass ein Fluid-Code leichter zu stationären Lösungen führt, wenn mit einem (linear oder nichtlinear) viskosen Materialgesetz gerechnet wird. ABAQUS hat den Vorteil, dass auch komplexere viskoplastische Stoffgesetze in nichtstationären Zuständen verarbeitet werden können. Bild 2 zeigt als Beispiel die Geschwindigkeits- und Druckverteilung in einem Extrusionswerkzeug.





Die Untersuchung zahlreicher Geometrievarianten zeigte, dass die Gestaltung des Mundstücks einen deutlichen Einfluss auf den Prozess hat. Der Druck im Einlaufbereich ergibt eine hohe gespeicherte elastische Energie in der Masse. Das kann zu einem pulsierenden oder instabilen Verhalten der Masse im Auslauf führen, wenn nicht durch eine Querschnittsverengung im oder nahe dem Auslauf gegengesteuert wird.

Der Verschleiß der Werkzeugoberflächen ergibt sich aus dem Zusammenwirken der Tangentialgeschwindigkeit der Masse, v_t, und der Normalspannung, σ_n . Als Maß für den Verschleiß wird das Produkt v_t· σ_n^{α} lokal an den Werkzeugoberflächen ausgewertet.

6 Ausblick

Im Teilprojekt "Charakterisierungsverfahren" sollen die drei verbliebenen Verfahren zur Charakterisierung des rheologischen Verhaltens krümeliger, steifplastischer Keramikmassen (Messkneter, Kapillarviskosimeter-Eigenbau und "modifizierter" Pfefferkorn) bzgl. Reproduzierbarkeit, Empfindlichkeit, Prüfaufwand genauer charakterisiert und ggf. optimiert werden. Hierzu ist vorgesehen, einen Messkneter für Produktionsbegleitende Messungen für einige Monate auszuleihen. Außerdem soll die Entwicklung einer einfachen aber reproduzierbaren Probenherstellung für den "modifizierten" Pfefferkorn nochmals intensiviert werden. Mit dem IWM-Freiburg wird ein mathematisches Auswerteverfahren für den modifizierten Pfefferkorn materialspezifische erarbeitet, mit dem sich Kennwerte aus den Versuchsergebnissen ermitteln lassen.

Im Teilprojekt "Numerische Simulation" sollen nach Festlegung der Werkstoffmodelle für konkrete Bauteile (Rohre, Sicherungsröhrchen) weitere Simulationsrechnungen durchgeführt und die Ergebnisse mit Labor- oder Produktionsergebnissen verglichen werden. Außerdem sind Variationsrechnungen vorgesehen, mit denen Einflüsse durch die Werkzeuggeometrie erfasst und beim Bau zukünftiger Werkzeuge genutzt werden sollen.

7 Veröffentlichungen

Poster

H. Riedel, R. Ebert, O. Rosenfelder, Verbesserung der Prozeßsicherheit bei der Formgebung mittels Schneckenextrudern bei Massen für keramische Hochleistungswerkstoffe, FORKERAM Statusseminar 2, Erlangen 2000

FORKERAM II-3 Verbesserung der Prozesssicherheit bei der Formgebung mittels Schneckenextrudern bei Massen für keramische Hochleistungswerkstoffe

Arbeiten an der Georg Simon-Ohm Fachhochschule, Nümberg und am Fraunhofer IWM Freiburg für CeramTec AG Ans prechpartner: Prof. Dr. Rolf Ebert (rolf.ebert@fh-nuemberg.de), Dr. Hermann Riedel (rl@wm.fhg.de)

Problemstellung

- Fehlende Methoden zur routinemäßigen Messecharakterisierung •
- Form- und Maßabweichungen der Bauteile
- Werkzeugverschleiß

Ziele

- Entwicklung von Tests zur Qualitätssicherung der Extrusionsmessen parallel zur Produktion und für die Massenentwicklung Berechnung des Masseflusses im Extruder mit numerischer Simulation
- Vorheisage der Form der extrudierten Teile
- Vorhersage und Verminderung des Werkzeugverschleißes

Werkstoffe

Al₂O₃ Tonerdeporzellan, Cordierit

Pfefferkom-Test (Zylindestauchversuch)



Sichlussfolgerung: aussichtsreich als orgiduktions begleitender Routinetest. allerdings nur für vorverzogene Massen Für krümelige Massen werden Alternativen verfolgt: Messkneter oder modifiziertes Kapillamheometer

Druck- und Reibungsversuche

IMase BI

σ

E

Anpresskraft

Mase Q





Veschleißrate -[Normakparnung][®] x

Gleitoeschwindickeit

Hier: Normakoarmung

Projekt II-4

Neue Wege zur Erhöhung von Integrationsdichte und Mehrfachnutzen hochintegrierter keramischer Mehrlagenschaltungen

Projektleitung

Micro Systems EngineeringTel.: 09293-78174Dr. Dieter SchwankeFax: 09293-7841Schlegelweg 17Email: Dr.Dieter.Schwanke@mse.biotronik-erlangen.de95180 Berg/Ofr.

Projektpartner

Siegert electronic GmbH Dipl.-Ing. Christa Schmaus Pfannenstielstr. 10 90556 Cadolzburg Tel.: 09103-50742 Fax: 09103-1789 Email: sales@siegert.de

Universität Erlangen-Nürnberg Lehrstuhl für Glas und Keramik Prof. Dr. Andreas Roosen Martensstr. 5 91058 Erlangen Tel.: 09131-8527547 Fax: 09131-8528311 Email: roosen@ww.uni-erlangen.de









1 Einleitung

Die Zielsetzung in diesem Vorhaben war, Möglichkeiten zu finden, die Durchbiegung bei Mehrlagen-Keramik-Substraten in größeren Nutzenformaten (≥ 4"x4") zu minimieren sowie den zufälligen Versatz gesinterter Strukturen zum Zeichnungsmaß so klein wie möglich zu halten. Grundlage dafür war zunächst eine eingehende Analyse der möglichen zum Einsatz kommenden Grünfolien. Diese Analysen beinhalten neben chemischen und physikalischen Untersuchungen auch Strukturanalysen, die für das Verständnis und die Interpretation der dilatometrischen Ergebnisse notwendig waren. Die Kernaktivitäten stellten Untersuchungen des Schrumpfungsverhaltens mit Hilfe optischer Dilatometrie während des Prozesses sowie Laser-Scanningmikroskopie dar.

2 Problemstellung

Die Aufgabenstellung als Basis dieses Projektes war bei beiden beteiligten Firmen zwar unterschiedlich, aber dennoch von gegenseitigem Interesse. Das Interesse der Firma MSE konzentrierte sich auf das Schrumpfungsverhalten als Funktion des Metallisierungsgrades – später auch auf andere Inhomogenitäten wie Freischnitte und Ritzlinien mit ihrem Einfluss auf Schrumpfungsinhomogenitäten als Funktion des Ortes (Distortion). Die Fa. Siegert / Via electronic war an der Untersuchung der Einflussgrößen, die für Verwölbung und unterschiedliche Oberflächenrauhigkeiten verantwortlich sind, interessiert. Als Grundlage zu den geplanten und durchgeführten dilatometrischen Analysen war eine umfassende Charakterisierung der Materialsysteme unerlässlich.

3 Grünfoliencharakterisierung

Zur Bearbeitung der o.g. Problematik wurden der Universität Erlangen-Nürnberg Muster-Tapes aus den von den Firmen MSE und Siegert electronic / VIA electronic verwendeten Grünfolien im unbearbeiteten und bearbeiteten Zustand zur Charakterisierung übergeben.

3.1 Charakterisierung der unbehandelten Grünfolien

Die Grünfolien der Firmen DuPont (951AX) und (943 HF), Ferro (A6) und Heraeus (Heratape CT700) wurden umfassend charakterisiert. Die Ergebnisse der chemischen Analyse sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die wesentlichen

physikalischen und verarbeitungstechnischen Daten sind in Tabelle 2 aufgeführt. Die Folien unterscheiden sich gravierend in ihrer chemischen Zusammensetzung und in ihrem physikalischen Verhalten, was unmittelbare Auswirkungen auf das Brenn- und Sinterverhalten der einzelnen Tapes hat.

Element	Ferro A6 weiss	DuPont 951 AX	Heraeus CT 700	DuPont 943 HF
Glühverlust	12,58	11,63	8,21	10,23
SiO ₂	37,06	27,2	32,86	0,36
CaO	31,54	4,03	3,15	6,84
MgO	0,13	0,35	2,97	0,03
B ₂ O ₃	15,09	1,75	0,48	15,93
Al ₂ O ₃	0,13	42,43	19,62	49,45
PbO	< NWG	8,25	0,68	0,04
ZnO	<0,01	0,02	4,5	n.b.
SrO	0,01	< NWG	4,95	n.b.
BaO	< NWG	< NWG	16,01	n.b.
La ₂ O ₃	n.b.	n.b.	n.b.	15,75

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der keramischen Grünfolien

Die unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen wirken sich auch in der Phasenentwicklung der Folien während der thermischen Behandlung aus. Die dazu durchgeführten Hochtemperatur-Röntgenbeugungsuntersuchungen zeigten, dass im DuPont-Tape oberhalb 830°C eine Auskristallisation von Anorthit beginnt, die bei 870°C abgeschlossen ist und die mit einer Dichteänderung verbunden ist.

Tapetyp	DuPont 951 AX	Heraeus CT 700	Ferro	DuPont 943 HF
Dicke	160 $\mu m \pm$ 10 μm	194 $\mu m \pm$ 10 μm	246 μ m \pm 6 μ m	125 μ m \pm 5 μ m
Gründichte	2,15 g/cm ³	1,75 g/cm ³	1,49 g/cm ³	2,5 g/cm ³
Sinterdichte	3,08 g/cm ³	2,99 g/cm ³	2,45 g/cm	3,15 g/cm ³
Glühverlust	11 %	8 %	12,58 %	10,23 %
Porosität	43 vol.%	57 vol.%	52 vol.%	40 vol.%
Poren- durchmesser	0,55 µm	0,68 µm	0,43 µm	0,62 µm
Zugdehnung	23 %	12 %	8,93 %	-
Bruchspannung	2,1 MPa	5,8 MPa	2,25 MPa	-
Organiktyp	PMMA	PVB	PVB	PMMA
Binderausbrand- Ende	400 °C	460 °C	490 °C	400 °C
Erweichung der Glasphase	Zweistufig:650°C und 760 °C	750 °C	690 °C	600 °C
Phasenbestand	Korund	Korund,	? Wollanstonit	Korund
vor dem Sintern	Glasphase	Willemit(ZnSilikat) Glasphase	Glasphase	Glasphase
Phasenbestand	Korund,	Korund	n.b.	++ La-borat
nach dem Sintern	++ Anorthit	Willemit		+ CaAl-borat
	Glasphase	++ Celsian,		- Korund
		Glasphase		

Tabelle 2: Charakerisierung der Grünfolien



Abb. 1: Intensität Anorthitreflex DuPont 951 AX

Im Heraeus-Tape kristallisiert Celsian oberhalb 840 °C aus, die Kristallisation ist bei etwa 880 °C abgeschlossen. In beiden Fällen wirkt sich ein Halten der Tapes knapp oberhalb der angegebenen Temperaturen des Kristallisationsbeginns deutlich auf das Fortschreiten der Kristallisation aus. Durch Haltezeiten lässt sich die Kristallisation wesentlich besser steuern als über das Anfahren einer bestimmten Temperatur. Abb. 1 zeigt dies am Beispiel des DuPont-Tapes 951 AX. Dargestellt ist der Phasenanteil an Anorthit nach unterschiedlichen thermischen Behandlungen (Sintertemperatur, Haltezeit).

Im neuen Hochfrequenz-Tape DuPont 943 HF beginnt die Kristallisation bei etwa 670 °C zunächst mit der Auskristallisation einer nicht zu identifizierenden metastabilen Phase. Bei ca. 700 °C erreicht der Gehalt an metastabiler Phase sein Maximum und Lanthanborat beginnt auszukristallisieren. Mit weiter steigender Temperatur nimmt im Bereich bis 770 °C der Gehalt an LaBO₃ weiterhin stark zu, während der Gehalt der metastabilen Phase stark abnimmt und bei 770 °C gegen Null geht. Gleichzeitig setzt in diesem Bereich ab etwa 770 °C zusätzlich die Kristallisation von CaAl₂B₂O₇ ein.

Am Tape von Ferro konnte die entstehende kristalline Phase nicht eindeutig identifiziert (Wollastonit?) werden, da hier eine extreme Anzahl an Beugungspeaks auftritt. Deshalb wurde auf weitere Hochtemperatur-Röntgenbeugungs-Untersuchungen verzichtet.

Das Erweichen der Binderphase während des Ausbrandes konnte bisher nicht erfasst werden. Im optischen Dilatometer zeigte sich aber, dass mit dem Erweichen der Binderphase Verformungen im Tape Ferro um 100 - 200 °C einhergehen können. Die thermomechanischen Analysen (TMA, Abb. 2) zeigen ein unterschiedliches Erweichungsverhalten der in der Keramik vorhandenen Glasphasen. Die stark bleihaltige Glasphase im DuPont Tape erweicht bereits bei einer Temperatur von 650 °C, das bleifreie Borosilikatglas von Ferro bei 690 °C und die bleiarme, zinkhaltige Glasphase von Heraeus erweicht erst bei einer Temperatur von 750 °C. Dies hat unmittelbare Auswirkungen auf das Schwindungsverhalten der Folien.

Das Verformungs- und Schwindungsverhalten der Folien in der x-, y- und z- Achse konnte in situ während des gesamten Sinterprogramms in dem eigens für das Projekt entwickelten optischen Dilatometer in Abhängigkeit der Temperatur verfolgt und über CCD-Kameras digital dokumentiert werden.



Abb. 2: Thermomechanische Analyse der Grünfolien von DuPont, Heraeus und Ferro

Die Ergebnisse am optischen Dilatometer haben gezeigt, dass sich selbst ein mehrlagiges Laminat aus dem Heraeus-Tape ab einer Temperatur von 730 °C nach oben (konkav) aufwölbt und bei 810 °C eine maximale Verwölbung zeigt. Bei der Höchsttemperatur von 850 °C wie auch nach dem Abkühlen ist die Folie wieder flach und eben (Abb. 3). Dieses Verhalten der Laminate konnte nur durch den Einsatz des optischen Dilatometers erfasst werden. Stärker verbiegt sich das Ferro-Tape (Maximum bei 700 °C), das auch am Ende des Sintervorganges verwölbt vorliegt. Im Gegensatz dazu liegt die DuPont Folie während des kompletten Sinterbrandes flach auf der Brennunterlage auf, es ist keine Distortion zu erkennen. Dieses Verhalten wird nur unwesentlich durch die Lage des Tapes (Oberseite, Unterseite) beeinflusst. Die Gesamtschwindung wurde zusätzlich zu dem optischen Dilatometer (Auflösung in x-y-Richtung 80 μ m, in z-Richtung 20 μ m) mittels eines Laserscanningmikroskopes (Auflösung 1 μ m) vermessen, um Vergleichsdaten zu erhalten. Dazu wurden Härteeindrücke in die Grünfolien eingebracht und die Abstände zueinander vor und nach dem Sintern vermessen.



Abb.3: Verwölbung eines Laminates aus Heraeus CT 700-Folien

Die am optischen Dilatometer ermittelte Gesamtschwindung lag bei den Heraeus-Folien in x-Richtung bei 14,8 %, in y-Richtung bei 15,1 %, für die DuPont-Folien bei 12,4 % bzw. 12,9 %, mittels Laserscanningmikroskops ergaben sich für die Heraeus-Folie 14,5 % bzw. 15,0 %, für die DuPont-Folie 12,5 % bzw. 12,8 %. Die geringen Unterschiede zeigen, dass das optische Dilatometer neben den Verwölbungen und ihrer Temperaturzuordnung Schwindungen keramischer Folien in x und y-Richtung in situ messen und darzustellen kann.

3.2 Charakterisierung der behandelten Grünfolien

Das Laminieren der Proben erhöht die Gründichte auf 2,00 g/cm³ bei Heraeus bzw. auf 2,24 g/cm³ bei DuPont und führt zu einer Reduzierung der Verwölbungen. Im Falle der Heraeus-Folien bleiben die Verformungen auch bei 4-lagigen Laminaten bestehen, allerdings in reduziertem Umfang. Werden metallisierte Folien mit einem sog. Metallisierungs-Cluster (Abb. 4) untersucht, so wölbt sich die Probe während der Aufheizphase in dem Bereich der Metallisierung bei 700 °C konkav auf. Der Grund hierfür ist das Einsetzen der Schwindung der Metallisierung bei niedrigeren Temperaturen als die der Folie. Zur Reduzierung dieser Fehler bei clusterartiger Metallisierung ist die genaue Anpassung des Sinterverhaltens von Folie und Paste nötig.



Abb.4: Verwölbung einer metallisierten DuPont-Folie

Von den Firmen MSE und Siegert / Via electronic wurden die kritischen verfahrenstechnischen Parameter festgelegt, die zu den eingangs genannten Schrumpfungsinhomogenitäten oder Verwölbungen führen: Bindersystem, gießbedingte Anisotropien, Laminierparameter, Metallisierungsgrad, -richtung, Pastenmaterial, Leiterzughöhe, Sinterprofil, Brennunterlage. Auf Grund der Fülle von Parametern und ihrer wechselseitigen Beeinflussung wurde in Erlangen die statistische Versuchsplanung aufgegriffen und ein Versuchsplan mit Hilfe eines kommerziellen statistischen Versuchsplanungsprogramms (Modee) erarbeitet. Der Plan berücksichtigt die Parameter Laminierdruck (20, 24, 28 MPa), Metallisierungsgrad (25, 50, 100 % der Oberfläche) und -richtung (senkrecht oder parallel zur Gießrichtung), Pastenmaterial (Mixed-Metal oder Gold) und Heizraten (5 und 10 K/min) hinsichtlich ihres Einflusses auf die x-, y-Schwindung und die Distortion der Folien von DuPont und Heraeus. Auf Basis dieses Plans wurden von den Industriepartnern entsprechende mehrlagige Laminate sowohl unmetallisiert als auch mit verschiedenen Metallisierungsgraden und Pastenmaterialien angefertigt. Variiert wurden ferner die Laminierparameter.

Als Versuchsplan wurde ein voll-faktorieller Versuchsplan mit drei Center Points verwendet. Abb. 5 zeigt die Haupteinflussgrößen auf die Verwölbung von den hergestellten Laminaten. In dieser Applikation bedeutet ein negativer Wert, dass die Verwölbung reduziert worden ist. Auf der anderen Seite führen die Parameter mit einem positiven µm-Wert zu einer starken Verwölbung. Den signifikantesten Parameter stellt die Mixed-Metal Metallisierung dar, d.h. bei Verwendung dieses Pastenmaterials wird eine große Verwölbung während des Sinterns induziert. Verwendet man dagegen eine Goldpaste, sind die Verwölbungen drastisch geringer. Dies lässt die Folgerung zu, dass die Mixed-Metal Paste schlecht an das Schwindungsverhalten und den Ausdehnungskoeffizienten der LTCC-Substrate angepasst ist. Die Durchbiegung der Folien wird durch einen höheren Grad an Pastenmaterial gefördert (Wechselwirkung zwischen Paste und Metallisierungsgrad). Lokale Clusterungen der Paste führen ebenfalls zu höheren Verwölbungen. Daher ist es wichtig, ein Leiterbahndesign zu generieren, dass möglichst wenig Pastenmaterial benötigt, auf der anderen Seite aber gleichmäßig flächig über die Keramik verteilt ist. Eine niedrigere Aufheizrate führt ebenfalls zu geringeren Verwölbungen, da der Keramik und dem Pastenmaterial mehr Zeit gegeben ist, um Spannungen (aufgrund unterschiedlicher Schwindung und Ausdehnungskoeffizienten) abzubauen und zu relaxieren. Die Metallisierungsrichtung und der Laminationsdruck spielen nur eine untergeordnete Rolle.

Den Haupteinflussparameter auf das Schwindungsverhalten der Multilaver stellt der Laminierdruck dar. Je höher dieser ist, desto höher wird das Laminat beim Laminieren vorverdichtet. Dies führt wiederum zu einer geringeren Schwindung. Einen geringeren Effekt auf die Schwindung haben Aufheizraten und Grad der Metallisierung. Bei geringen Aufheizraten behindert die Metallisierung die Schwindung, d.h. die Schwindungsrate verkleinert sich. Ein höherer Metallisierungsgrad verstärkt diesen Effekt deutlich.





4 Distortionuntersuchungen bei MSE

Zur Ermittlung von Distortionwerten ist eine hochgenauen Messung von x- und y-Strecken und damit der Detektion von x- und y-Koordinaten notwendig. Für diesen Zweck wurde ein x/y - Messmikroskop der Firma Vision-Engineering (Abb. 6) angeschafft. Das System mit einer okularlosen Vergrößerung von wahlweise 10-, 20und 50-fach hat zudem einen sehr großen Arbeitsabstand und besitzt eine schattenfreie 6-Punkt-Ringlichtbeleuchtung die ein optimales Ausleuchten des Messfeldes erlaubt.

Ein Problem, zu dessen Lösung dieses Messgerät entscheidend beigetragen hat, war der extrem starke Verzug von Mehrfachnutzensubstraten nach dem Sintern.

Die Schaltkreise erfordern als Außenkontur Rundungen nach einer festgelegten Radiensequenz, die allerdings aufgrund der Tatsache, dass DuPont-LTCC-Material sehr schlecht im gesinterten Zustand laser-schneidbar ist, bereits im grünen, ungesinterten Zustand eingebracht werden, wobei der Schrumpfungsfaktor durch das Sintern vorgehalten werden muss. Die Schaltkreise werden nicht komplett vereinzelt, um die kostenreduzierende Möglichkeit der Weiterverarbeitung im Mehrfachnutzen nicht zu verlieren. Daraus ergibt sich eine Anordnung von geschnittenen und geritzten Kontursegmenten, die beim Brechen am Ende der Prozesskette keine unkontrollierten Risse oder Nasen ergeben dürfen. Um dieses Problem zu vermeiden, wurden zunächst an den Rundungen große Freischnitte gewählt. Nach dem Sintern zeigte sich jedoch ein extrem starker anisotroper Verzug des Nutzensubstrates, so dass kaum eine Weiterbearbeitung in Postfireprozessen möglich war. Eine sukzessive Reduktion der Freischnitte (einhergehend mit einer akribischen Optimierung der Ritzparameter zur Vermeidung oben beschriebener Probleme) bei konsequentem Einsatz des DYNASKOPS führte zur endgültigen Konfiguration, die sich problemlos weiterverarbeiten lässt (Abb. 6).



Abb. 6: Konturgebung eines Mehrfachnutzensubstrates vor Beginn und am Ende der Distortionuntersuchungen

Eine Zusammenfassung der Messergebnisse dieser Entwicklung zeigt, dass ein freigeschnittener Bereich definitiv keinen Beitrag zur Schrumpfung liefert und damit in Abhängigkeit seines prozentualen Anteils die Distortion in stark negativer Weise beeinflusst. Nachgewiesen werden konnte dies anhand standardisierter Freischnittgeometrien im Rahmen dieses Projektes (Abb. 7).



Abb. 7: Standardisierte Freischnittgeometrien und ihr Einfluss auf das Schrumpfungsverhalten

5 Untersuchungen zur Oberflächentopologie und Durchbiegung bei SIEGERT electronic / VIA electronic

Die Arbeiten bestanden aus 4 Schwerpunkten:

• Reduzierung der Durchbiegung an CT 700/ Heraeus:

Eine statistische Auswertung von Untersuchungsreihen zur Ermittlung der Durchbiegung während des Sinterns (Heraeus CT 700, Setter aus Al₂O₃, Ceramtec) ergab eindeutig einen Zusammenhang zwischen der Durchbiegung der LTCC-Keramik und des Setters. Nachdem die Setter entsprechend selektiert wurden, kann eine Durchbiegung von </= 0,15 mm bei einer Substratgröße von 115 mm Kantenlänge gewährleistet werden.

• Reduzierung von Fehlstellen an CT 700/Heraeus

Untersuchungsreihen zur Ermittlung von Fehlstellen während des Sinterns (Heraeus CT 700, Setter aus Al₂O₃, Ceramtec) ergaben eindeutig einen Zusammenhang zwischen Anzahl der Fehlstellen und Sinterdichte. Die Spezifikation wurde daraufhin vom Lieferanten geändert und in die Liefervorschrift aufgenommen.

 Redesign eines Serienproduktes von bisher 3 Zoll auf 6 Zoll Fertigungsformat und Requalifikationsdurchlauf (DuPont 951AT).

Auf Basis der Projektergebnisse konnte der verarbeitbare Nutzen von bisher 1-fach auf 4-fach erhöht und die Fertigungskosten deutlich gesenkt werden (Abb. 8). Die Prozessführung konnte so optimiert werden, dass eine Durchbiegung von sogar 0,2 % eingehalten werden konnte.



Abb. 8: Vergrößerung des Fertigungsformats und Erhöhung des Nutzens

 Testreihen am Laserprofilometer und Austausch des Gerätes gegen ein besser geeignetes System.

Mit dem Laserprofilometer zeigten sich besondere Schwächen bei Messungen auf Materialien mit unterschiedlichem Reflexionsverhalten (z.B. auf schwarzen Widerstandsschichten). Anhand der Meßergebnisse konnte der Hersteller überzeugt werden, das Gerät gegen ein besser geeignetes System auszutauschen. Das System ist gut geeignet, um Topologien und Durchbiegungen zu vermessen (Abb. 10 und 10). Bezüglich der Oberflächenrauhigkeit kann noch keine eindeutige Aussage gemacht werden.



Abb. 10: Neues Laser-Meßsystem